

# **Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)**

International application number: PCT/JP05/003041

International filing date: 24 February 2005 (24.02.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP  
Number: 2004-055476  
Filing date: 27 February 2004 (27.02.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 21 April 2005 (21.04.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

PCT/JP2005/003041

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

28.02.2005

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて  
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed  
with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2004年 2月 27日

出願番号  
Application Number: 特願 2004-055476

パリ条約による外国への出願  
に用いる優先権の主張の基礎  
となる出願の国コードと出願  
番号  
The country code and number  
of your priority application,  
to be used for filing abroad  
under the Paris Convention, is

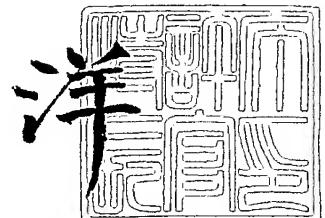
J P 2004-055476

出願人  
Applicant(s): 日本板硝子株式会社  
日本電池株式会社

2005年 4月 7日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小川



出証番号 出証特 2005-3030789

**【書類名】** 特許願  
**【整理番号】** 03P406NM  
**【あて先】** 特許庁長官 殿  
**【国際特許分類】** H01M 2/32  
**【発明者】**  
 【住所又は居所】 岐阜県不破郡垂井町宮代 149-6  
 【氏名】 松波 敬明  
**【発明者】**  
 【住所又は居所】 岐阜県大垣市鶴見町 10-1 ソレイユレヴァン 104  
 【氏名】 長久保 周平  
**【発明者】**  
 【住所又は居所】 岐阜県不破郡垂井町 2421-11 ファミリアーレアイ D 10  
 2  
 【氏名】 蔡 貴史  
**【発明者】**  
 【住所又は居所】 京都府京都市南区吉祥院西ノ庄猪之馬場町 1 番地 日本電池株式  
 会社内  
 【氏名】 木多 正樹  
**【発明者】**  
 【住所又は居所】 京都府京都市南区吉祥院西ノ庄猪之馬場町 1 番地 日本電池株式  
 会社内  
 【氏名】 山下 順平  
**【特許出願人】**  
 【識別番号】 000004008  
**【氏名又は名称】** 日本板硝子株式会社  
**【特許出願人】**  
 【識別番号】 000004282  
**【氏名又は名称】** 日本電池株式会社  
**【代理人】**  
 【識別番号】 100087745  
 【弁理士】  
**【氏名又は名称】** 清水 善廣  
**【選任した代理人】**  
 【識別番号】 100098545  
 【弁理士】  
**【氏名又は名称】** 阿部 伸一  
**【選任した代理人】**  
 【識別番号】 100106611  
 【弁理士】  
**【氏名又は名称】** 辻田 幸史  
**【手数料の表示】**  
 【予納台帳番号】 070140  
 【納付金額】 21,000円  
**【提出物件の目録】**  
 【物件名】 特許請求の範囲 1  
 【物件名】 明細書 1  
 【物件名】 図面 1  
 【物件名】 要約書 1

【書類名】特許請求の範囲

【請求項1】

ポリオレフィン樹脂と無機粉体と鉱物オイルを主材料とし、副材料として界面活性剤を含む多孔質膜であって、前記多孔質膜、正極板、負極板および希硫酸とからなる電解セルを用いて、直流電流1.2A、約25℃で24時間電解した後に遊離・溶出する還元性物質量が、前記多孔質膜100cm<sup>2</sup> 1枚当たりのN/100過マンガン酸カリウム溶液消費量の換算値で1.0mL/100cm<sup>2</sup>以下となるようにしたことを特徴とする鉛蓄電池用セパレータ。

【請求項2】

前記還元性物質量を前記多孔質膜100cm<sup>2</sup> 1枚当たりのN/100過マンガン酸カリウム溶液消費量の換算値で0.7mL/100cm<sup>2</sup>以下となるようにしたことを特徴とする請求項1記載の鉛蓄電池用セパレータ。

**【書類名】**明細書

**【発明の名称】**鉛蓄電池用セパレータ

**【技術分野】**

**【0001】**

本発明は、鉛蓄電池に用いるセパレータに関する。

**【背景技術】**

**【0002】**

自動車用の始動用電源として広く用いられている鉛蓄電池は、鉛または鉛合金からなる格子状の集電体に、二酸化鉛を保持させた正極と海綿状金属鉛を保持させた負極からなり、極板間に絶縁隔離するためのセパレータを挟持させて電槽に収納して、電解液として希硫酸液を満たすことで構成されている。

鉛蓄電池に用いるセパレータとしてはリンターパルプを湿式抄紙したものをフェノール樹脂で硬化させたものにガラスマットを貼り合せたものや、パルプ状合成繊維と無機粉体およびガラス繊維を湿式抄紙したものにガラスマットを貼り合せたもの、さらにはポリエチレン樹脂と無機粉体を押出成形したリブを有する合成樹脂製セパレータなどがある。

現在の鉛蓄電池セパレータは、(a)ギヤ噛み合わせによりセパレータの端部を圧着して袋加工可能で電池の高速組立が可能であること、(b)樹脂成形時にリブ状の突起を付与できるため高価なガラスマットが不要となることなどの理由からポリエチレン樹脂タイプが主流となっている。

**【0003】**

前記ポリエチレン樹脂タイプのセパレータは上記のような利点はあるものの、主材料としてポリエチレン樹脂から構成されているため、電解液との濡れ性を向上させる界面活性剤が必須であった。特に、リブ状突起を有するポリエチレン樹脂性セパレータは、ガラスマットを併用していないため、過充電状態で正極から発生するガスにより比較的容易にセパレータから界面活性剤が電解中に溶出して以下の問題点を引き起す要因となっていた。(1)電池の初充電時(化成)では、電池内部が高温かつ酸化雰囲気中に曝されるためセパレータから遊離・溶出した界面活性剤が還元性物質として作用して初充電時の正極および負極の活性化(酸化-還元反応)を阻害するため、初充電後に所定の電池容量を得られないものが稀に発生する問題があった。

(2)また、鉛蓄電池の使用環境は、高温・過充電雰囲気となる場合が増加しているため、(a)電解液の蒸発と水の電気分解が同時に発生するため、電解液の減液量が多くなり、セル間接続部が液中から露出しやすく、(b)セパレータから遊離・生成した還元性物質が電池内の酸化力により鉛溶解性を有する有機酸(例えは、酢酸等の揮発性有機酸)に変化するという現象が生じ、前記有機酸が前記鉛蓄電池内で腐食を生じさせ、セル間接続部の断面積が減少して、集電効率が低下等するため高率放電性能が低下し、始動時のような大電流放電が必要となる場合に大電流が取り出せなくなり、短寿命を起こしやすいという問題があった。

**【発明の開示】**

**【発明が解決しようとする課題】**

**【0004】**

本発明者らが種々の検討を行った結果、セパレータから遊離・生成した還元性物質に起因する有機酸による腐食は、セル間接続部のような後加工で溶接した部分で生じやすく、特に、減液時などで、これらの部分が電解液中から気相中に露出した場合に腐食が生じやすいことが分かった。

このように、後加工により溶接した部分で腐食が生じやすい理由は、後加工の溶接部はその溶接界面にクラックやボイドが生じるため、隙間腐食が生じやすく、さらに、この隙間腐食が生じやすい部分の腐食が有機酸の存在によって加速されるためであると推測される。このような隙間腐食を根本的になくすためには、電池製造工程から溶接をなくすことであるが、この解決方法は現状において現実的とは言い難い。

そこで、本発明は、セパレータから遊離・生成する還元性物質の最大量を一定レベル以

下に制限することで、初充電後において所定の電池容量が確実に得られ、電池寿命を長寿命化することができる鉛蓄電池用セパレータを提供することを目的とする。

#### 【課題を解決するための手段】

##### 【0005】

本発明の鉛蓄電池用セパレータは、前記目的を達成するべく、請求項1に記載の通り、ポリオレフィン樹脂と無機粉体と鉱物オイルを主材料とし、副材料として界面活性剤を含む多孔質膜であって、前記多孔質膜、正極板、負極板および希硫酸とからなる電解セルを用いて、直流電流1.2A、約25°Cで24時間電解した後に遊離・溶出する還元性物質量が、前記多孔質膜100cm<sup>2</sup> 1枚当たりのN/100過マンガン酸カリウム溶液消費量の換算値で1.0mL/100cm<sup>2</sup>以下となるようにしたことを特徴とする。

また、請求項2記載の鉛蓄電池用セパレータは、請求項1記載の鉛蓄電池用セパレータにおいて、前記還元性物質量を前記多孔質膜100cm<sup>2</sup> 1枚当たりのN/100過マンガン酸カリウム溶液消費量の換算値で0.7 mL/100cm<sup>2</sup>以下となるようにしたことを特徴とする。

#### 【発明の効果】

##### 【0006】

本発明は、直流電流1.2A、約25°Cで24時間電解した後に希硫酸中に遊離・溶出する還元性物質量をN/100過マンガン酸カリウム溶液で滴定し、希硫酸中の還元性物質量が前記多孔質膜100cm<sup>2</sup> 1枚当たりのN/100過マンガン酸カリウム溶液の消費量の換算値で1.0mL/100cm<sup>2</sup>以下となるように鉛蓄電池用セパレータを構成することにより、還元性物質による初充電時の正極および負極の活性化(酸化-還元反応)の阻害が防止され、安定的な電池容量を得ることができる。また、前記還元性物質に起因する揮発性の有機酸によるセル間接続部の溶接界面における腐食を抑制し、高温雰囲気での電池寿命を長寿命化することができる。

#### 【発明を実施するための最良の形態】

##### 【0007】

本発明の鉛蓄電池用セパレータは、ポリオレフィン樹脂と無機粉体と鉱物オイルを主材料とし、副材料として界面活性剤を含む多孔質膜であって、前記多孔質膜、正極板、負極板および希硫酸とからなる電解セルを用いて、直流電流1.2A、約25°Cで24時間電解した後に希硫酸中に遊離・溶出する還元性物質量が、前記多孔質膜100cm<sup>2</sup> 1枚当たりのN/100過マンガン酸カリウム溶液消費量の換算値で1.0mL/100cm<sup>2</sup>以下となるようにしたものである。

鉛蓄電池用セパレータから電解液中に遊離・生成した還元性物質量の指標としては、界面活性剤量を直接定量することが理想的であるが、使用した界面活性剤の種類等に合わせて、定性分析、定量分析の手法を変更する必要があり、希硫酸電解液中に含有された界面活性剤を定量することは困難であった。

そこで、本発明においては、電解法によりセパレータ中から電解液中に溶出した界面活性剤に由来する還元性物質を、酸化剤である過マンガン酸カリウム溶液で滴定し、セパレータから遊離・溶出した還元性物質量を前記多孔質膜100cm<sup>2</sup> 1枚当たりのN/100過マンガン酸カリウム溶液の消費量で評価することを可能としている。

さらに、N/100過マンガン酸カリウム溶液で電解液を滴定した場合、前記界面活性剤と同様に、電池の初充電工程において活性物質の活性化を阻害する原因となる価数の変化しやすい遷移金属イオン等も検出されるため、万一セパレータ材料や製造工程中にこれらの遷移金属が混入した場合であっても、これらの遷移金属も前記界面活性剤と同様に還元性物質として検出することが可能となる。このように、前記還元性物質量を前記多孔質膜100cm<sup>2</sup> 1枚当たりのN/100過マンガン酸カリウム溶液の消費量の換算値で還元性物質量を定量すると、所定の電池容量を阻害する界面活性剤および遷移金属の両物質の総量を検出することができ、初充電後の電池容量の安定化の評価として最適であることが分かった。

前記理由から本発明においては、多孔質膜からなる鉛蓄電池用セパレータ、正極板、負極板および希硫酸からなる電解セルを電解した時に、前記希硫酸中に遊離・溶出される界面活性剤等が由来となる還元性物質量をN/100過マンガン酸カリウム溶液の消費量で評価

し、前記多孔質膜100cm<sup>2</sup> 1枚当たりのN/100過マンガン酸カリウム溶液の消費量の換算値で、還元性物質量が1.0mL/100cm<sup>2</sup>以下となるように鉛蓄電池用セパレータを形成することにより、電池の初充電（化成）時に、正極または負極の活性化（酸化－還元反応）を阻害することなく、安定した電池容量を得ることができ、セル間接続部等の溶接部分の腐食を抑制して集電効率の低下を防止し、高温雰囲気下においても電池寿命の長寿命化を可能とした。

#### 【0008】

前記鉛蓄電池用セパレータを構成する主材料となるポリオレフィン樹脂としては、重量平均分子量30万以上のポリエチレン樹脂、ポリポロピレン樹脂などを一種または複数種類混合して使用することができる。

無機粉体としては、酸化珪素、酸化チタン、珪酸カルシウム、酸化アルミニウム、炭酸カルシウム、カオリンクレー、タルク、珪藻土、ガラス纖維粉体などの一種または複数種類混合して使用できる。

また、鉱物オイルとしては、主としてパラフィン系オイルが使用されるが、これに限定されることはない。

また、前記鉛蓄電池用セパレータを構成する副材料となる界面活性剤としては、抽出溶剤に不溶性であるアニオン系、非イオン系界面活性剤等を使用することができ、副材料としては、前記界面活性剤とともに、抽出溶剤に不溶性であるノボラックタイプまたはレジールタイプのフェノール系やエポキシ系等の酸化防止剤を使用してもよい。

#### 【実施例】

##### 【0009】

次に、本発明の実施例について、比較例と共に詳細に説明するが、本発明はこの例に限定されるものではない。

##### 【0010】

###### (実施例1)

重量平均分子量150～200万のポリエチレン樹脂11部と、比表面積200m<sup>2</sup>/gを有するシリカ粉体28部と、鉱物オイル60部と、界面活性剤としてジアルキルスルホ琥珀酸ナトリウム塩を計量し、ヘンシェルミキサにて攪拌・混合した。この混合物を、二軸押出機を用いて溶融押出して鉱物オイルを含有する押出シートを得た。この押出シートから鉱物オイルを除去するために、鉱物オイルと相溶性を有し、ポリエチレン樹脂とは相溶性を有しない有機溶媒(例えば、n—ヘキサン)を用いて、押出シート中に含有する鉱物オイルを除去した後、鉱物オイルが3%となるように調整した有機溶剤溶液を前記基材の重量に対して5倍量付着処理して、50℃で乾燥し、鉱物オイル13%を含む多孔質膜からなるベース厚み0.20mmのセパレータを得た。前記セパレータは、前記界面活性剤の配合量を調整して、前記セパレータを用いた電解セル中の希硫酸に含有される還元性物質量が前記多孔質膜100cm<sup>2</sup> 1枚当たりのN/100過マンガン酸カリウム溶液の消費量の換算値で0.4mL/100cm<sup>2</sup>となるように作製した。

##### 【0011】

###### (実施例2)

重量平均分子量150～200万のポリエチレン樹脂11部と、比表面積200m<sup>2</sup>/gを有するシリカ粉体28部と、鉱物オイル60部と、界面活性剤としてジアルキルスルホ琥珀酸ナトリウム塩を計量し、ヘンシェルミキサにて攪拌・混合した。この混合物を用いたこと以外は、実施例1と同様にして、鉱物オイル13%を含む多孔質膜からなるベース厚み0.20mmのセパレータを得た。前記セパレータは、前記界面活性剤の配合量を調整して、前記セパレータを用いた電解セル中の希硫酸に含有される還元性物質量が前記多孔質膜100cm<sup>2</sup> 1枚当たりのN/100過マンガン酸カリウム溶液の消費量の換算値で0.7mL/100cm<sup>2</sup>となるように作製した。

##### 【0012】

###### (実施例3)

重量平均分子量150～200万のポリエチレン樹脂11部と、比表面積200m<sup>2</sup>/gを有するシリカ粉体27部と、鉱物オイル60部と、界面活性剤としてアルキルスルホ琥珀酸ナトリウム塩

を計量し、ヘンシェルミキサにて攪拌・混合した。この混合物を用いたこと以外は、実施例1と同様にして、鉱物オイル13%を含む多孔質膜からなるベース厚み0.20mmのセパレータを得た。前記セパレータは、前記界面活性剤の配合量を調整して、前記セパレータを用いた電解セル中の希硫酸に含有される還元性物質量が前記多孔質膜100cm<sup>2</sup> 1枚当たりのN/100過マンガン酸カリウム溶液の消費量の換算値で0.9mL/100cm<sup>2</sup>となるように作製した。

#### 【0013】

(比較例1)

重量平均分子量150～200万のポリエチレン樹脂11部と、比表面積200m<sup>2</sup>/gを有するシリカ粉体27部と、鉱物オイル60部と、界面活性剤としてジアルキルスルホ琥珀酸ナトリウム塩を前記実施例1～3よりも増加して、ヘンシェルミキサにて攪拌・混合した。この混合物を用いたこと以外は、実施例1と同様にして、鉱物オイル13%を含む多孔質膜からなるベース厚み0.20mmのセパレータを得た。前記セパレータは、前記界面活性剤の配合量を調整して、前記セパレータを用いた電解セル中の希硫酸に含有される還元性物質量が前記多孔質膜100cm<sup>2</sup> 1枚当たりのN/100過マンガン酸カリウム溶液の消費量の換算値で1.8mL/100cm<sup>2</sup>となるように作製した。

#### 【0014】

(比較例2)

重量平均分子量150～200万のポリエチレン樹脂15部と、比表面積200m<sup>2</sup>/gを有するシリカ粉体26部と、鉱物オイル58部と、界面活性剤としてジアルキルスルホ琥珀酸ナトリウム塩を前記実施例1～3よりも増加して、ヘンシェルミキサにて攪拌・混合した。この混合物を用いたこと以外は、実施例1と同様にして、鉱物オイル13%を含む多孔質膜からなるベース厚み0.20mmのセパレータを得た。前記セパレータは、前記界面活性剤の配合量を調整して、前記セパレータを用いた電解セル中の希硫酸に含有される還元性物質量が前記多孔質膜100cm<sup>2</sup> 1枚当たりのN/100過マンガン酸カリウム溶液の消費量の換算値で2.2mL/100cm<sup>2</sup>となるように作製した。

#### 【0015】

前記実施例1～3および比較例1、2の各セパレータの電気抵抗を測定し、次いで、前記各セパレータを用いて電解セルを形成し、該電解セルについて、希硫酸中の前記多孔質膜100cm<sup>2</sup> 1枚当たりのN/100過マンガン酸カリウム溶液の消費量の換算値による還元性物質量を測定した。

以下に、試験方法を示し、結果を表1に示す。

<電気抵抗>

セパレータの電気抵抗は、SBA S0402 8.4.2項に準拠した試験設備を用いて、希硫酸浸漬24時間後の電気抵抗を測定した。

#### 【0016】

<N/100過マンガン酸カリウム消費量の換算値による還元性物質量>

N/100過マンガン酸カリウム消費量の換算値によるセパレータに含有する還元性物質量の測定は、前記各セパレータ、正極板、負極板および希硫酸とからなる電解セルで電解し、セパレータから界面活性剤由来の還元性物質である有機酸を溶出させる操作と、N/100過マンガン酸カリウム滴定により消費量を測定する操作の2つの操作によって行った。

先ず、電解法によりセパレータから還元性物質を溶出する操作について図面に基づき説明する。図1に示すように、旧JIS C2310に記載されるとおり、縦9.5cm×横9.5cm×厚さ0.2cmの大きさの2枚の純鉛の正極板2と、同じ大きさの3枚の純鉛製の負極板3を、正極板2および負極板3交互に組み合わせて積層し、正極板2、負極板3を積層した両側にプラスチック（塩化ビニル）枠6、6を用いて極板間隔が5mmとなるように配設・固定した。プラスチック枠6には、正極板2または負極板3とプラスチック枠6の外側から連結可能な孔部6aを複数設け、一方のプラスチック枠6の外側面に、1本の正極柱4をプラスチック枠6の上方に突出するように配設し、孔部6aからプラスチック枠6の内側の2枚の正極板2と連結した。同様に、他方のプラスチック枠の外側面に、1本の負極柱5をプラスチック枠6の上方に突出するように配設し、孔部6aからプラスチック枠の内側の3

枚の負極板3と連結し、電解用極群1とした。

電解用極群1の間に縦10cm×横10cm寸法に裁断したセパレータ7を試験片として4枚挟み込んだ後、図2に示すように、電解用極群1を容量1Lの電槽8に入れて電解セル9とし、比重1.20の希硫酸500mLを電槽8に注入した。

その後、図3に示すように、電解セル9を、恒温水槽11に入れ、正極柱4と負極柱5に直流定電流電源10を接続し、電解槽全体を25±2°Cに保持しながら24時間連続して1.2Aの直流電流を流して電解を行った。電解終了後、試験片であるセパレータ7を取り出し、12時間静置して浮遊する鉛粉を沈降させ、前記電解液の上澄み液を取り出して被検液とした。

次に、N/100過マンガン酸カリウムの消費量の換算値により前記被検液中の還元性物質量を測定する方法について説明する。

被検液中の還元性物質量は、JIS K1306(精製硫酸試験方法) 2.14項に記載される「過マンガン酸カリウム還元性有機物(O)」に準拠して、希硫酸電解液である前記被検液中に含まれる還元性物質量をN/100過マンガン酸カリウム消費量として測定し、この測定値を縦10cm×横10cm面積のセパレータ1枚あたりの消費量として換算した。なお、過マンガニ酸カリウム滴定の終点は、検液の色が過マンガニ酸カリウムの淡い赤紫色になった時点を終点とした。

#### 【0017】

また、前記実施例1～3および比較例1、2の各セパレータを用いて以下の方法により試験電池を各セパレータを用いて5個ずつ作製し、前記各試験電池について、初充電後の電池容量、電池容量の標準偏差を測定し、また、前記試験電池について75°Cの軽荷寿命試験を行い、前記試験電池の寿命サイクルおよび前記試験後のセル溶接部腐食について測定した。結果を表1に示す。

#### 【0018】

##### <試験電池の作製>

極板は、定法により得たペースト式の正極板および負極板を用いた(JIS D5301-1999に規定の46B24L相当)。

実施例1～3および比較例1、2の各セパレータの端部をギヤシールしながら正極板を包み込み、正極板6枚と負極板7枚を交互に積層したのち、極群の溶接を行った。

これらの極群をポリプロピレン製の電槽へ挿入して、極群間と極柱を溶接したのち、電槽フタを熱圧着した。

これに希硫酸電解液を注液したのち、40°Cの恒温水槽中で、正極既化活物質理論容量の350%の電気量で18時間の電槽化成を行い、初充電して各セパレータを用いた試験電池を各5個完成させた。

##### <電池容量>

JIS D5301 8.3.2項の容量試験に準拠して、補充電後、5時間率の電池容量を測定し、平均値および標準偏差を求めた。

##### <75°C軽荷寿命試験>

試験電池を75°Cに設定した水槽に沈め、JIS D5301-1999 8.3.5(b)に規定の試験条件で試験を実施した。

但し、高温雰囲気での寿命を加速評価させるために、液面が最低液面線となるような状態で試験を開始し、補液は最低液面線を基準に1週間に1回行った。

#### 【0019】

【表1】

区分	PE樹脂 wt%	シリカ 粉体 wt%	鉱物 オイル wt%	フラット 厚み mm	電気抵抗 $\Omega \cdot 100\text{cm}^2/\text{枚}$	N/100 KMnO <sub>4</sub> 消費量 $\text{mL}/100\text{cm}^2$	初充電後 電池容量 Ah	電池容量 標準偏差	75°C軽負荷 寿命 サイクル	試験後の セル溶接部腐食
実施例1	24.5	60.7	13	0.20	0.0019	0.4	43.5	1.0	3360	なし
実施例2	24.6	60.4	13	0.20	0.0017	0.7	43.5	1.1	3360	なし
実施例3	24.3	60.4	13	0.20	0.0015	0.9	43.0	1.1	2880	なし
比較例1	24.2	59.5	13	0.20	0.0008	1.8	40.0	2.0	1440	あり
比較例2	29.7	53.7	13	0.20	0.0008	2.2	39.3	2.3	1300	あり

## 【0020】

表1から、以下のようなことが分かった。

還元性物質量が多孔質膜100cm<sup>2</sup> 1枚当たりのN/100過マンガン酸カリウムの消費量換算で1.0mL/100cm<sup>2</sup>以下となるように作製した実施例1～3の各セパレータを用いた試験電池は、比較例1、2と比較して初充電後の電池容量の向上を図ることができた。また、実施例1および2のように、還元性物質量が多孔質膜100cm<sup>2</sup> 1枚当たりのN/100過マンガン酸カリウムの消費量換算で0.7mL/100cm<sup>2</sup>以下であると、初充電後の電池容量をさらに向上することができ、また、実施例1のように、還元性物質量が多孔質膜100cm<sup>2</sup> 1枚当たりのN/100過マンガン酸カリウムの消費量換算で0.5mL/100cm<sup>2</sup>以下であると初充電後の電池容量が向上するとともに、各試験電池の初充電後の電池容量にバラツキがなくなり良好な結果が得られた。

また、液量レベルを最低液面線から開始した変則JIS D5301-1999 8.3.2(b)75°C軽負荷寿命試験では、実施例1～3の各セパレータを用いた試験電池では、還元性物質量を多孔質膜100cm<sup>2</sup> 1枚当たりのN/100過マンガン酸カリウムの消費量の換算値で1.0mL/100cm<sup>2</sup>以下とすることで、飛躍的に高温での電池寿命を向上することができた。また、前記各試験電池では、セル間接続部に隙間腐食が生じていなかった。

これに対し、還元性物質量が多孔質膜100cm<sup>2</sup> 1枚当たりのN/100過マンガン酸カリウムの消費量の換算値で1.6mL/100cm<sup>2</sup>を越えている比較例1、2の各セパレータを用いた試験電池では、試験後セル間接続部の溶接界面に隙間腐食が生じていた。これは、還元性物質が有機酸に酸化され、該有機酸が、液面より露出したセル間接続部に結露して、鉛が溶解しやすくなり腐食したためと考えられる。

実施例1～3の各セパレータを用いた試験電池では、セル間接続部に隙間腐食が生じておらず、また、還元性物質量を多孔質膜100cm<sup>2</sup> 1枚当たりのN/100過マンガン酸カリウムの消費量の換算値で1.0mL/100cm<sup>2</sup>以下とすることで、飛躍的に高温での電池寿命を向上することができた。

以上のとおり、本発明の鉛蓄電池用セパレータは、初充電後に安定して所定の電池容量が得られ、かつ、高温環境下における電池寿命を長寿命化できるため、本発明の鉛蓄電池用セパレータの工業的価値は極めて高いものである。

## 【図面の簡単な説明】

## 【0021】

【図1】本発明における還元性物質量の特定に関する電解用極群の説明図

【図2】本発明における還元性物質量の特定に関する図1の電解用極群を電槽の組み込んだ状態を示す説明図

【図3】本発明における還元性物質量の特定に関する図2の電槽に直流電流を流している状態を示す説明図

## 【符号の説明】

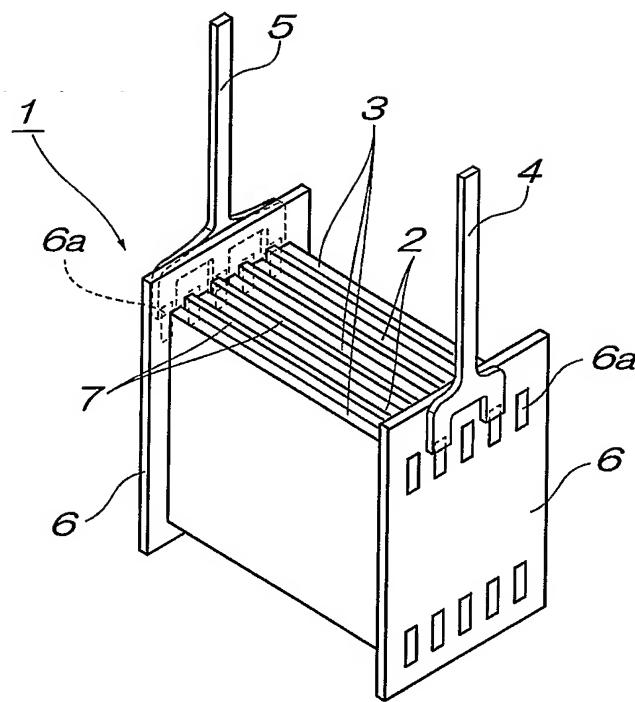
## 【0022】

1 : 電解用極群

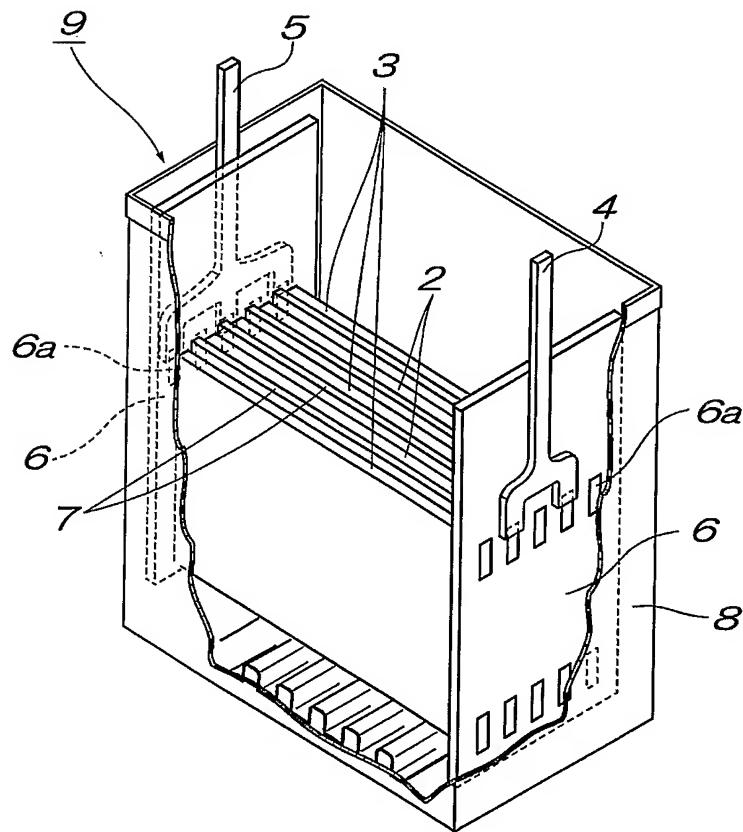
2 : 正極板

- 3 : 負極板
- 4 : 正極柱
- 5 : 負極柱
- 6 : プラスチック枠
- 6 a : 孔部
- 7 : セパレータ
- 8 : 電槽
- 9 : 電解セル
- 10 : 直流定電流電源
- 11 : 恒温水槽

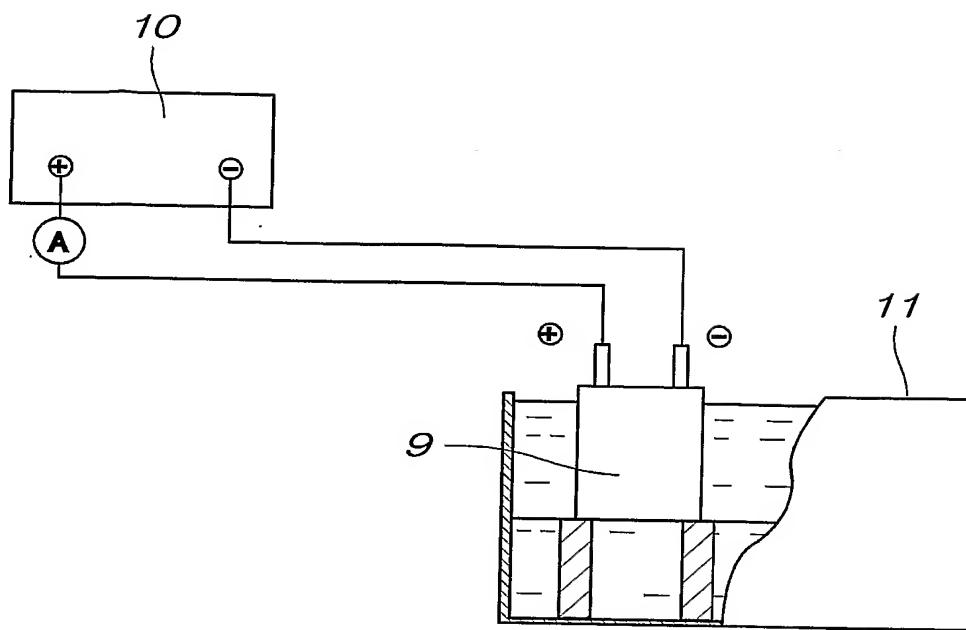
【書類名】 図面  
【図1】



【図2】



【図3】



【書類名】要約書

【要約】

【課題】 本発明は、セパレータから遊離・生成する還元性物質の最大量を一定レベル以下に制限することで、初充電後において所定の電池容量が確実に得られ、電池寿命を長寿命化することができる鉛蓄電池用セパレータを提供することを目的とする。

【解決手段】 本発明の鉛蓄電池用セパレータは、ポリオレフィン樹脂と無機粉体と鉛物オイルを主材料とし、副材料として界面活性剤を含む多孔質膜であって、前記多孔質膜、正極板、負極板および希硫酸とからなる電解セルを用いて、直流電流1.2A、約25℃で24時間電解した後に遊離・溶出する還元性物質量が、前記多孔質膜 $100\text{cm}^2$  1枚当たりのN/100過マンガン酸カリウム溶液消費量の換算値で $1.0\text{mL}/100\text{cm}^2$  以下となるようにしたことを特徴とする。

【選択図】 なし

## 認定・付加情報

特許出願の番号	特願2004-055476
受付番号	50400327510
書類名	特許願
担当官	田丸 三喜男 9079
作成日	平成16年 3月 1日

## &lt;認定情報・付加情報&gt;

【提出日】	平成16年 2月27日
【特許出願人】	
【識別番号】	000004008
【住所又は居所】	大阪府大阪市中央区北浜四丁目 7番28号
【氏名又は名称】	日本板硝子株式会社
【特許出願人】	
【識別番号】	000004282
【住所又は居所】	京都府京都市南区吉祥院西ノ庄猪之馬場町 1番地
【氏名又は名称】	日本電池株式会社
【代理人】	
【識別番号】	申請人 100087745
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場 2丁目 14番4号 八城ビル 3階
【氏名又は名称】	清水 善▲廣▼
【選任した代理人】	
【識別番号】	100098545
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場 2丁目 14番4号 八城ビル 3階
【氏名又は名称】	阿部 伸一
【選任した代理人】	
【識別番号】	100106611
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場 2丁目 14番4号 八城ビル 3階
【氏名又は名称】	辻田 幸史

特願2004-055476

ページ： 1

出願人履歴情報

識別番号

[000004008]

1. 変更年月日

[変更理由]

住所  
氏名

2000年12月14日

住所変更

大阪府大阪市中央区北浜四丁目7番28号  
日本板硝子株式会社

2. 変更年月日

[変更理由]

住所  
氏名

2004年 7月 1日

住所変更

東京都港区海岸二丁目1番7号  
日本板硝子株式会社

特願 2004-055476

ページ： 2/E

出願人履歴情報

識別番号

[000004282]

1. 変更年月日

[変更理由]

住 所

氏 名

1990年 8月 9日

新規登録

京都府京都市南区吉祥院西ノ庄猪之馬場町1番地

日本電池株式会社